

# ODS フェライト鋼の照射特性に関する研究

— 電子線照射による再結晶処理と冷間加工の効果の検討 —  
(共同研究報告書)

1998年3月

北海道大学  
動力炉・核燃料開発事業団

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター

システム開発推進部・技術管理室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section. System Engineering Division. O-arai Engineering Center. Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-machi. O-arai-machi, Higashi-Ibaraki-gun, Ibaraki-Ken, 311-13, Japan

© 動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation) 1998

# ODS フェライト鋼の照射特性に関する研究 — 電子線照射による再結晶処理と冷間加工の効果の検討 — (共同研究報告書)

大貫惣明<sup>1</sup> 須田孝徳<sup>1</sup> 斎藤 順<sup>1</sup> 山下真一郎<sup>1</sup> 高橋平七郎<sup>2</sup>  
赤坂尚昭<sup>3</sup> 鵜飼重治<sup>3</sup>

## 要 旨

ODS フェライト鋼の耐照射特性を検討するために、種々の処理を行った材料を電子線照射し、その照射特性を評価した。電子線照射は超高压電子顕微鏡にて、670-720Kで12dpaまで行った。ODS フェライト鋼は基本的に耐スエリング性を有する材料であるが、その挙動は材料の処理条件に依存して変化した。スエリングのピーク温度はおよそ700Kであり、最大のスエリングは約0.8%であった。高温の再結晶処理した試料では、照射により $\alpha'$ 相の形成が促進された。再結晶化処理後の冷間加工は、高密度の転位を導入することから、スエリング抑制に効果的である。メカニカルアロイング時に使用する不活性ガスをArガスからHeガスに変えるとスエリングは低下する。以上の結果から、酸化物分散強化型ODS フェライト鋼のボイド形成挙動は、転位密度、分散粒子、ガスバブルなどに強く関連することが明らかとなった。

---

本報告書は、北海道大学と動力炉・核燃料開発事業団で実施した共同研究の成果である。  
契約番号：094F050  
事業団担当部課および担当：大洗工学センター燃料材料開発部照射材料試験室(赤坂尚昭)  
1) 北海道大学 工学部 物質工学専攻  
2) 北海道大学 先端エネルギー研究センター  
3) 動燃事業団 大洗工学センター 燃料材料開発部

Study on Void Formation in Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels  
during Electron-Irradiation  
- Effect of Recrystallization and Cold-working -

S. Ohnuki<sup>1</sup>, T. Suda<sup>1</sup> J. Saito<sup>1</sup>, S. Yamashita<sup>1</sup>, H. Takahashi<sup>2</sup>  
N. Akasaka<sup>3</sup> and S. Ukai<sup>3</sup>

Several types of oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steels prepared at different treatment; Ar or He atmosphere, recrystallization and cold-working. These ODS steels were electron-irradiated to 12 dpa at 670-720K in HVEM. During the irradiation, the development of defect structures (void and loop formation) was investigated for these steels. ODS ferritic steels showed swelling resistance comparing to austenitic steels, however, the behavior of void formation was clearly depended on the treatment. The peak temperature of swelling was 700K, and the maximum swelling of 0.8% was observed in recrystallized steels. The radiation-enhanced precipitation of  $\alpha'$  was confirmed after recrystallization at higher temperature. The cold-working was effective for suppressing the swelling. The ODS steel manufactured in atmosphere of another gas, in which conventional Ar gas was changed to He gas, showed good swelling resistance. From these results, the void formation of ODS ferritic steels was strongly depended on the dislocation density, dispersed oxides, gas bubbles.

---

Work performed by Hokkaido University in collaboration with Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation

PNC Liaison : MMS, Fuels and Materials Division, O-arai Engineering Center, Naoaki Akasaka

1) Faculty of Engineering, Hokkaido University

2) Center for Advanced Research of Energy Technology, Hokkaido University

3) Fuels and Materials Division, O-arai Engineering Center, PNC

## 目 次

第1章 緒言	1
第2章 試料作製及び実験方法	1
2-1 試料	1
2-2 実験方法	1
第3章 実験結果	2
3-1 照射前の組織	2
3-2 転位ループの形成	2
3-3 ボイド形成	3
第4章 考察	3
4-1 耐スエーリング性	3
4-2 転位密度の効果	3
4-3 不活性ガスの効果	4
4-3-1 残留ガスバブルの効果	4
4-3-2 メカニカルアロイング過程の不活性ガスの挙動	4
4-4 再結晶化とスエーリングの過程	4
第5章 結言	5
参考文献	5

## 表・図目次

### [表目次]

表 1. 各試料の処理条件（メカニカルアロイングの不活性ガスの種類、 再結晶処理、冷間加工率及び形状）	6
表 2. 各試料の組成	7

### [図目次]

図 1. 照射前の低倍の組織	8
図 2. 照射前の酸化物粒子の分散状態	9
図 3. 照射後の転位ループ (698K, 0.4dpa)	10
図 4. 転位ループサイズの照射量依存性 (673K)	11
図 5. 転位ループの数密度の照射量依存性 (673K)	12
図 6. ボイド組織 (698K, 10dpa)	13
図 7. Ar1100 におけるボイドサイズの照射量依存性	14
図 8. Ar1100 のボイド数密度の照射量依存性	15
図 9. Ar1000, Ar1100, Ar1200, 20%CW, 40%CW, He1100 のスエリング の温度依存性 (12dpa)	16
図 10. Ar1100 におけるボイドの平均サイズ及び数密度の温度依存性 (12dpa)	17
図 11. Ar1100 におけるボイドの平均サイズ及び数密度の再結晶化温度依存性 (12dpa)	18

## 1 緒言

高速増殖炉の実現のため高速中性子照射下に耐えかつ高温強度を保つ炉心材料の開発は非常に重要である。オーステナイト鋼は優れた高温強度を持つ材料として動力炉あるいは核融合炉の炉心材料としての研究開発が精力的になされてきた。しかし、改良型オーステナイト鋼でさえ、高速中性子のフルエンスが  $40 \times 10^{26} \text{n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) 以上では、スエリングによる寸法変化が問題となり、耐照射性は不十分である[1-5]。一方、フェライト鋼は、800K 程度を越える高温で強度がかなり低下するが、オーステナイト鋼と比べてスエリングは格段に小さい。従って、耐照射性という点から、フェライト鋼はオーステナイト鋼と比較して、長時間の使用に耐えると予想される[1-5]。このような観点から、フェライト鋼の優れた耐スエリング性を保ちながら高温強度を増加するため、酸化物分散強化型(ODS)フェライト鋼の開発が行われつつある[1-4]。

ODS フェライト鋼は、メカニカルアロイング(MA) 法により、機械的に酸化物( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )を母相中に微細分散させ、高温強度の向上をめざしたものである。しかし、ODS フェライト鋼は、押出し方向と直角方向のクリープ強度が低下するという異方性が大きな問題である。特に、燃料被覆管の用途の場合、内圧クリープ強度の低下が大きな問題となる[4, 6, 7]。この異方性は、メカニカルアロイング以後の熱間押出による長く伸びる結晶粒の形状に由来したものであり、大傾角粒界で生じる粒界すべりに起因するものと考えられている[4, 9]。ODS フェライト鋼の異方性の対策として、等軸な結晶粒を得るために再結晶処理が有効であり、また、これにより加工性をも向上するとの報告がある[4]。

本研究においては、ODS フェライト鋼を高速増殖炉燃料被覆管の材料として適用するための基礎研究として、異方性改善のための再結晶処理を行った試料の電子線照射実験を行い、照射損傷組織の評価を行うことを目的とした。特に、照射欠陥形成に対する再結晶処理の影響や、メカニカルアロイングの環境に使用される不活性ガスの種類について検討した。

## 2 試料作製及び実験方法

### 2-1 試料

本研究で用いられた試料は 6 種類である(表 1)。

フェライト鋼粉末及び $\text{Y}_2\text{O}_3$ 粉末は Ar ガスアトマイズ法によって作製された。これらの粉末を、高エネルギーボールミルにより、Ar ガス (He1100 は He ガス) 雰囲気中で 220rpm で 48 時間のメカニカルアロイングを行った。これらの合金を、軟鋼の容器に密封、脱気、熱間押出しの後、熱間加工によって板材に加工した。さらに、再結晶化促進のため 80% の冷間圧延を行った後、再結晶化処理をした。

実験には、Ar1000、Ar1100、Ar1200、20%CW、40%CW、He1100 の 6 種の板材を供した。このうち、Ar1000、Ar1100、Ar1200 はそれぞれ 1000°C、1100°C、1200°C で 1 時間の再結晶処理を施した。20%CW、40%CW は、1100°C で 1 時間の再結晶処理後、20%、40% の冷間加工を行い加工転位を導入したものである。5 種のメカニカルアロイング時の雰囲気はアルゴンガスであったが、He1100 の場合は、He ガスであった。

試料の組成を表 2 に示す。ここで、過剰酸素(Excess O)とは、全体の酸素量から  $\text{Y}_2\text{O}_3$  の酸素量を差し引いた値である。ODS フェライト鋼は、Cr 量がおよそ 11-13wt%、分散粒子として  $\text{Y}_2\text{O}_3$  が 0.2-0.3wt% 含まれており、複合酸化物形成による粒子の微細分散という観点から、Ti が添加されている。また、これらの試料は、低放射化材料として作製されたため、Fe と比較して半減期の長い核種を生成する Nb、Ni、Mo を、Mn、W、Ti などで代替している。Ar 及び He は、メカニカルアロイング時に使用した不活性ガスの残留量である。Ar ガス残留量が 46ppm であるのに対し、He ガス残留量は 2.8~3.3ppm であった。ただし、ODSE の Ar 量及び He1100 の He 量は、ほぼ同条件で作製された別の ODS フェライト鋼の値である。これらの組成分析方法は以下に示すとおりである。

Al : フレームレス原子吸光光度法

P、B、Si : 吸光光度法

C、S : 赤外線吸収法

O、N、Ar : 不活性ガス融解法

Mn、Ni、Cr、Ti、W、Y : ICP 発光分光分析法

### 2-2 実験方法

TEM 観察用試料の作成は、次の手順で行われた。先ず、試料を押出し方向と平行に厚さ、 $200 \mu\text{m}$  まで機械研磨し、直径 3mm のディスク状に打ち抜いた。その後、電解研磨装置(Tenpol-3)を用いて電解研磨し

た。電解液の組成は、 $\text{CH}_3\text{COOH} : \text{HClO}_4 = 19 : 1$  とし電解条件は、電圧 50V、液温は、18~20°Cとした。この電解研磨によって、ディスク中央部に数百  $\mu\text{m}$  程度の穴が形成される。この穴の周囲は、2500 Å 以下の薄膜となる。本研究では、これらの薄膜化された部分を観察場所とした。

膜厚の測定は、照射領域に最も近い結晶粒界上で観察される等厚干渉縞の本数を数え、コントラストに寄与している回折面の指数と、対応した消衰距離の縞数とを掛けることによって測定した。Fe の体心立方格子の回折面に対する消衰距離は次に示す通りである[10]。

回折面	消衰距離 (Å)
110	270
200	395

1000kV の電子線照射は、超高压電子顕微鏡（日立 H-1300）を用いた。ビーム強度はガウス分布であり、中心部分での損傷速度はおよそ  $2.2 \times 10^{-3} \text{ dpa/s}$  である。照射温度は、673K、693K、723K、773K とし、最大 12dpa まで照射を行った。照射中、隨時その場観察と写真撮影を行った。

照射前の低倍の組織観察には同様に超高压電子顕微鏡を用い、再結晶領域を明確に区別しながら、比較的厚い領域も含めた観察を行った。特に、Ar1000、Ar1100、Ar1200、20%CW、40%CW、He1100 については、連続した 10 視野程度の広範囲の組織観察を行った。分散粒子の観察は、コントラストが明確な比較的薄い領域で行った。

格子間原子型転位ループの観察は、照射初期 ( $\sim 1.3 \text{ dpa}$ ) に行った。照射方向は  $\langle 100 \rangle$  とし、回折ベクトルは  $g = \langle 110 \rangle$  とした。ポイドの観察は 12dpa の照射量まで行った。照射方位は  $\langle 100 \rangle$  近傍で、転位や結晶のゆがみの少ない領域で電子線照射しながら、その場観察を行った。

転位ループ及びポイドの数量的測定にはデジタイザを用いた。これは、組織写真から転位ループ及びポイドの直径及び個数を求め、これらから、平均サイズ、数密度、スエリングを算出する方法である。

### 3 実験結果

#### 3-1 照射前の組織

図 1 (a) ~ (c) には Ar1000、Ar1100、Ar1200 の照射前の低倍の組織を示す。再結晶材とはいえすべての領域が再結晶化しているわけではなく、再結晶領域と未再結晶領域が混在した。未再結晶領域は製法に由来する高密度の転位組織であり、結晶粒も微細でかつ加工方向に長くのびていた。再結晶領域では、結晶粒の成長及び転位密度の低下が見られた。Ar1000、Ar1100、Ar1200 で比較すると、高温ほど再結晶率は高くなり結晶粒も粗大化した。特に、Ar1200 では結晶粒の粗大化が著しい。

図 1 (d) (e) は冷間加工材 (20%CW、40%CW) の低倍の組織である。20%CW 及び 40%CW では冷間加工により結晶粒は圧延方向に伸び、その程度は圧延率に応じて大きくなる。また、同時に転位密度の増加が見られた。

図 1 (f) は He1100 の照射前の低倍の組織である。He1100 の組織は、Ar1000、Ar1100、Ar1200 とほぼ同様に再結晶領域と未再結晶領域からなる。再結晶率は、Ar1100 と同程度であった。

図 2 は Ar1000、Ar1100、Ar1200、He1100 における分散粒子の組織である。分散粒子は、場所による相違はあるものの、マトリックス中にほぼ均一に分散している。Ar1200 では粒子のわずかな粗大化や不均一化が認められた。He1100 では、Ar 雰囲気の試料と比較して、分散粒子のサイズが低下していることが認められた。

#### 3-2 転位ループ形成

転位ループの形成挙動は、転位密度が低くループの観察が可能であった ODS フェライト鋼再結晶材 (Ar1000、Ar1100、Ar1200、He1100) について検討した。なお、フェライト鋼での転位ループは 2 種存在し、それぞれ、 $\{100\}$  面状に形成する  $b=a\langle 100 \rangle$  の格子間原子型転位ループと  $\{111\}$  面状に形成する  $b=1/2a\langle 111 \rangle$  の格子間原子型転位ループであることが分かっている[11-15]。従って、観察する方位を  $\langle 100 \rangle$  とすると、 $b=a\langle 100 \rangle$  タイプの転位ループは直線形、 $b=1/2a\langle 111 \rangle$  タイプの転位ループは橢円形になる。

図 3 は Ar1000、Ar1100、Ar1200、He1100 の 0.40dpa 照射後の転位ループを示す。各試料とも 2 つのタイプの転位ループの形成が観察された。Ar1000 及び Ar1100 では、 $1/2a\langle 111 \rangle$  転位ループの形状はなめらかなのに対して、Ar1200 では複雑に入り組んだ波状の転位ループである。この波状の転位ループの形成は、照射促進析出 ( $\alpha'$  相) との関連が推定される[15]。すなわち、ループ上に  $\alpha'$  相が形成し、転位ル

ープの成長を部分的に阻害すると考えられる。一方、He1100 の転位ループの形成挙動は大きく異なり、抑制される傾向を示した。

図 4 は 673K で 0.7dpa までの転位ループサイズ変化を示す。実線は  $a<100>$  タイプと  $1/2a<111>$  タイプを加えた平均サイズである。また、点線は、 $a<100>$  タイプの平均サイズである。平均サイズは照射温度により異なるものの、ほぼ同様の温度依存性を示した。Ar1100 の平均サイズは最も大きくなつたのに対して、 $\alpha'$  相の形成が想定される Ar1200 では平均サイズは低下した。また He1100 の転位ループのサイズは各温度とも最も低くなつた。

図 5 は 673K で 0.7dpa までの転位ループの数密度の変化を示す。実線は  $a<100>$  タイプと  $1/2a<111>$  タイプの和である。また、点線は、 $a<100>$  タイプの数密度である。Ar1000、Ar1100、Ar1200 と比較して、He の場合、数密度の変化は大きく異なる。Ar 雾囲気の試料は 0.2dpa までの照射初期にループの数密度の増加は、ほぼ終了するのに対し、He1100 の場合 0.2dpa 以降も継続して数密度は増加することが分かった。

### 3-3 ポイド形成

図 6 に 698K で 12dpa まで照射した 6 種の試料の組織を示す。いずれの Ar 再結晶材 (Ar1000、Ar1100、Ar1200) でも、ポイド形成は顕著であった。冷間加工材では、加工率に応じてポイドの形成は減少した。一方、He の再結晶材 (He1100) では、ポイドの形成はわずかであった。

図 7 は Ar1100 のポイドの平均サイズの照射量変化を示す。各照射温度とも平均サイズは照射量とともに増加した。図 8 は Ar1100 のポイド数密度変化を示す。2dpa 以上の照射量で数密度はほぼ一定、もしくはわずかな増加を示すのみとなり、ポイド核形成は照射初期に完了してしまうことを示唆している。

図 9 は 6 種の試料の 12dpa 照射後のスエリングの温度依存性を示す。Ar1000、Ar1100、Ar1200 はいずれもポイドの形成が顕著であり、スエリングは再結晶温度に関係なく約 700K でピークとなり、最大で 0.8% に達した。しかし、これは試料の再結晶領域への照射の結果であり、試料全体を照射した場合のスエリングは異なるものと推定される。冷間加工材では、加工率に応じてスエリングは減少した。この結果は転位の導入がスエリングの抑制に効果的であることを示している。一方、He の再結晶材のスエリングは非常に低くなつた。すなわちメカニカルアロイング時の He ガス雾囲気は、ポイドスエリングの抑制に効果的であることを示している。

## 4 考察

### 4-1 耐スエリング性

本研究で行った電子線照射では、ODS フェライト鋼のスエリングは、最大で 0.8% となつた (図 9)。この値はオーステナイト鋼などと比較して非常に低い。非改良のオーステナイト鋼の場合、同様の照射条件でのスエリングは最大で数% である [16, 17]。従って、本研究の ODS フェライト鋼は、原則的には、フェライト鋼の優れた耐スエリング性を有すると判断される。

フェライト鋼のポイドスエリングが低い理由として、bcc 構造であるための相互再結合が大きいことが挙げられる。bcc 構造は、fcc 構造と比較して、バイアス効果が小さくかつ点欠陥や溶質原子の易動度が高い結果、格子間原子と原子空孔の再結合率が高く、母相中での点欠陥濃度が上がりにくいとされている [18, 19]。

ODS フェライト鋼のポイド形成の温度領域はせまく、およそ 700K 付近でピークを示す (図 9)。この傾向は点欠陥挙動に帰因すると考えられる。図 10 のポイド平均サイズと数密度の照射温度依存性から、温度が高いほど、ポイドの平均サイズは増加し、数密度は減少することが明らかになつた。したがつて、スエリングの温度依存性は次のように説明される。低温側でスエリングが低下するのは、点欠陥の易動度が低く、点欠陥同士の相互再結合が優勢なため、平均サイズは小さくなりスエリングは低い。一方、高温側では、易動度の高い点欠陥が転位や粒界等のシンクに吸収されやすくなるため、ポイド核形成の場所が限られ数密度は減少する。このポイド数密度の減少に伴い、スエリングは低くなる。さらに、高温では点欠陥の熱平衡濃度が高くなり、過飽和度が下がることも原因となろう [20]。

### 4-2 転位密度の効果

Ar 雾囲気の再結晶材 (Ar1100) は、冷間加工率に応じてスエリングは減少した (図 9)。これは、ODS フェライト鋼でも、加工転位がポイドスエリングの抑制に効果的であることを明確に示している。すなわち、高密度の転位が点欠陥の強力なシンクとなり、点欠陥濃度を低下させ、ポイド形成は抑制される [21]。この

転位の効果を前提にすると、スエリングと転位密度の関係は、次のように説明される。3種の再結晶材(Ar1000, Ar1100, Ar1200)の場合、転位密度は低く、シンク強度は小さいので、スエリングは比較的大きい。加工材では、高密度の転位がシンクとして働き、ポイド形成は抑制される。

#### 4-3 不活性ガスの効果

メカニカルアロイングの雰囲気としてArを用いた再結晶材では、スエリングは比較的大きく、He雰囲気とした場合には、ポイド形成はほとんど抑制される結果が得られた(図9)。この原因として組織中に残留する不活性ガスバブルの効果とメカニカルアロイング時の伝熱効果が重要である。

##### 4-3-1 残留ガスバブルの効果

Ar材中のArガス残留量が約46ppmであるのに対し、He材のHe残留量はおよそ2.8~3.3ppmと少ない(表2)。一般に不活性ガスは金属中の固溶度が小さいために、ほとんどがバブルとして存在すると推定される。また、不活性ガスは照射点欠陥との相互作用が大きく、容易に移動しないことが知られているため、組織に含まれる不活性ガスの量は照射中でもほぼ保存されるであろう。したがって、本研究のような照射条件では、ポイド形成あるいはスエリングに対して不活性ガスの種類と量は大きな影響を及ぼすと推定できる。

本研究においては、照射前のAr再結晶材の組織に、微細なバブルが存在していた。これに電子線を照射すると、バブルを核としてポイドが発生及び成長することが認められた。したがって、このバブルはメカニカルアロイング時に混入したArガスが再結晶処理により集合したものと判断される。すなわち、Ar材では、不活性ガス量は大きく、微小ガスバブルがポイドの核発生場所となり、スエリング増大の一因となっている。Heの場合は、Arに比べて原子サイズが小さく、拡散により試料から抜けやすい。このためHe材ではガスバブルはほとんど形成されず、ポイドの核発生は起こりづらく、スエリングは少ないと推定される。このように、残留ガスはODSフェライト鋼のポイド形成に強く影響する。

##### 4-3-2 メカニカルアロイング過程の不活性ガスの挙動

図2で示すように、He材では、Ar材に比べ、酸化物粒子はより微細に分散することが分かった。この、分散粒子の微細化の原因として、両ガスの熱伝導度の違いが考えられる。標準状態の熱伝導度は次に示すようにHeの方が大きい[22]。

$$\text{Ar} : 17.63 \times 10^{-3} (\text{JK}^{-1}\text{m}^{-1}\text{s}^{-1})$$

$$\text{He} : 149.3 \times 10^{-3} (\text{JK}^{-1}\text{m}^{-1}\text{s}^{-1})$$

このためHeガス雰囲気の熱伝導度が高く、メカニカルアロイング中の粉末の温度上昇は少なく、より微細に混合されると推定できる。従って、メカニカルアロイングによるY、O、Tiのフェライトマトリックスへの強制固溶の量は、He雰囲気の方が大きいと判断される。分散粒子は、その後の熱間押出し中に、微細に析出すると考えられるため、He材はAr材に比較して、分散粒子はより微細であり、後の照射によってもより強力な点欠陥のシンクとなり、組織中の点欠陥濃度を減少させることができると期待できる。本研究の転位ループ形成挙動では、He材の転位ループ核発生には高照射量を必要とし、その後の成長も抑制された。従って、He材では過飽和点欠陥濃度も低く、ポイドの成長も抑制されると判断される。

一方、固溶原子の濃度差もポイドの形成に影響を与える。He材では、メカニカルアロイング過程でのY、O、Ti等が強制固溶していると推定され、再結晶処理後もこの濃度が比較的高ければ、点欠陥のトラッピングによるスエリングの抑制も可能である。

以上の点から、耐照射性を考慮したODSフェライト鋼の作製には、メカニカルアロイング時の不活性ガス雰囲気の選択は重要である。

#### 4-4 再結晶化とスエリングの関連

Arの再結晶材のスエリングはほぼ同様であり、再結晶化温度による差は見られなかった(図8)。しかし、転位ループの形成には差が認められた。この理由として、再結晶化温度が高い場合、照射促進により $\alpha'$ 相が形成した為と判断する。したがって、再結晶化温度とポイド形成には関連がある。

Ar1200では、転位ループの形状から、照射による $\alpha'$ 相の形成が示唆された(図3)。また、Ar1200は他に比べて、分散粒子サイズがわずかに大きく、分布も不均一化している(図2)。したがって、分散粒子のシンク強度は小さく、点欠陥濃度は相対的に高く、 $\alpha'$ 相形成は促進される可能性がある。これを考慮すると、再結晶温度を高温にした場合には、分散粒子の粗大化や転位密度の低下などによりスエリングの抑制効果が薄れた反面、 $\alpha'$ 相形成によるスエリングの抑制効果が働き[12, 13]、結果としてスエリングはほとんど変化しないものと推論される。

再結晶中に不活性ガスバブルは集合することが考えられる。図11にAr材のポイド平均サイズと数密度の

再結晶温度の関係を示す。再結晶温度の増加とともに、ポイドサイズは増加し、数密度は低下する。このことは、再結晶化処理中にガスバブルが集合し、数密度が低下したため、ガスバブルを核として形成するポイドの数密度は低下し、サイズは増加したと推定する。

## 5 結言

種々の条件で作製した酸化物分散強化型フェライト鋼の照射損傷を電子線照射により評価し、以下の結果を得た。

- (1) ODS フェライト鋼は基本的に耐スエーリング性を有する材料である。
- (2) ODS フェライト鋼のスエーリングのピーク温度はおよそ 700K である。
- (3) 1200°Cで再結晶処理した試料では、照射により  $\alpha'$  相の形成が促進された。
- (4) 再結晶化処理後の冷間加工により転位を導入することは、スエーリング抑制に効果的である。
- (5) メカニカルアロイング時に使用する不活性ガスを Ar ガスから He ガスに変えるとスエーリングは低下する。
- (6) 以上の結果から、酸化物分散強化型 ODS フェライト鋼のポイド形成挙動は、転位密度、分散粒子、ガスバブルなどに強く関連することが明らかとなった。

## 参考文献

- [1] 日本材料科学会：先端材料シリーズ照射効果と材料（裳華房、1989）。
- [2] 動力炉・核燃料開発事業団：基礎高速炉工学（1993）。
- [3] 日本金属学会：講座・現代の金属学 材料編第 8 卷原子力材料（丸善、1989）。
- [4] S. Ukai, T. Nishida, H. Okada, M. Inoue, M. Fujiwara, T. Okuda and K. Asabe: J. Nucl. Sci. Technol., Vol. 34, No. 3 pp. 256-263, 1997.
- [5] E. A. Little: J. Nucl. Mater. 206 (1993) 324-334.
- [6] S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, K. Asabe, T. Nishida and M. Fujiwara: J. Nucl. Mater. 204 (1993) 65-73.
- [7] S. Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, T. Nishida, M. Fujiwara and K. Asabe: J. Nucl. Mater. 204 (1993) 74-80.
- [8] 奥田隆成：鉄と鋼 Vol. 83 (1997) No.12, 25-30.
- [9] H. Okada, S. Ukai and M. Inoue: J. Nucl. Sci. Technol., Vol. 33, No. 12 pp. 936-943, 1996.
- [10] 幸田康成監修：透過型電子顕微鏡法、コロナ社 (1974)。
- [11] E. A. Little, R. Bullough and M. H. Wood: Proc. R. Soc. Lond. A 372, 565-579 (1980).
- [12] D. S. Gelles: Effect of Radiation on Materials, ASTM STP 1046, 73-97 (1989).
- [13] D. S. Gelles: Effect of Radiation on Materials, ASTM STP 1175, 66-93 (1993).
- [14] Y. Kohno, A. Kohyama, M. Yoshio and K. Asakura: J. Nucl. Mater. 212-215 (1994) 707-713.
- [15] E. Wakai, A. Hishinuma, Y. Kato, H. Yano, S. Takaki and K. Abiko: Journal de Physique IV, Colloque C7, supplément au Journal de Physique III, Volume 5, novembre 1995.
- [16] I. Shibahara, S. Ukai, S. Onose and S. Shikakura: J. Nucl. Mater. 204 (1993) 131-140.
- [17] S. Ohnuki, H. Takahashi, H. Kinoshita, N. Akasaka, S. Onose and I. Shibahara: Effect of Radiation on Materials, ASTM STP 1175, 964-977 (1993).
- [18] E. A. Little: J. Nucl. Mater. 87 (1979) 11-24.
- [19] E. A. Little and D. A. Stow: J. Nucl. Mater. 87 (1979) 25-39.
- [20] 柴原格：第 7 回核融合炉材料研究会資料 (1980)。
- [21] D. S. Gelles, Fusion Materials Semiannual Progress Report for Period Ending March 31, 1994, DOE/ER-0313/16 (1994) 146.
- [22] 日本熱物性学会：熱物性ハンドブック（養賢堂、1990）。

鋼種	不活性ガス	再結晶処理	冷間加工率
Ar1000 1000°C再結晶材	Ar	1000°C, 1h	-
Ar1100 1100°C再結晶材	Ar	1100°C, 1h	-
Ar1200 1200°C再結晶材	Ar	1200°C, 1h	-
20%CW 20%冷間加工材	Ar	1100°C, 1h	20%
40%CW 40%冷間加工材	Ar	1100°C, 1h	40%
He1100 He-MA材	He	1100°C, 1h	-

表1 各試料の処理条件（メカニカルアロイングの不活性ガスの種類、再結晶処理、冷間加工率及び形状）

Elements (wt%)	Ar1000-1200 20-40%CW	He1100
C	0.031	0.023
Si	0.03	0.03
Mn	0.10	0.045
P	0.002	0.002
Al	0.004	0.003
S	0.004	0.003
B	0.0019	0.0012
Ni	0.041	0.033
Cr	11.38	11.68
Mo	-	-
Ti	0.10	0.10
W	1.99	1.97
V	-	-
Nb	-	-
N	0.017	0.009
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.2	0.2
Excess O	0.08	0.08
Ar	0.0046	-
He	-	0.00028-33*

\* ほぼ同条件で作製された別のODSフェライト鋼の数値

表2 各試料の組成

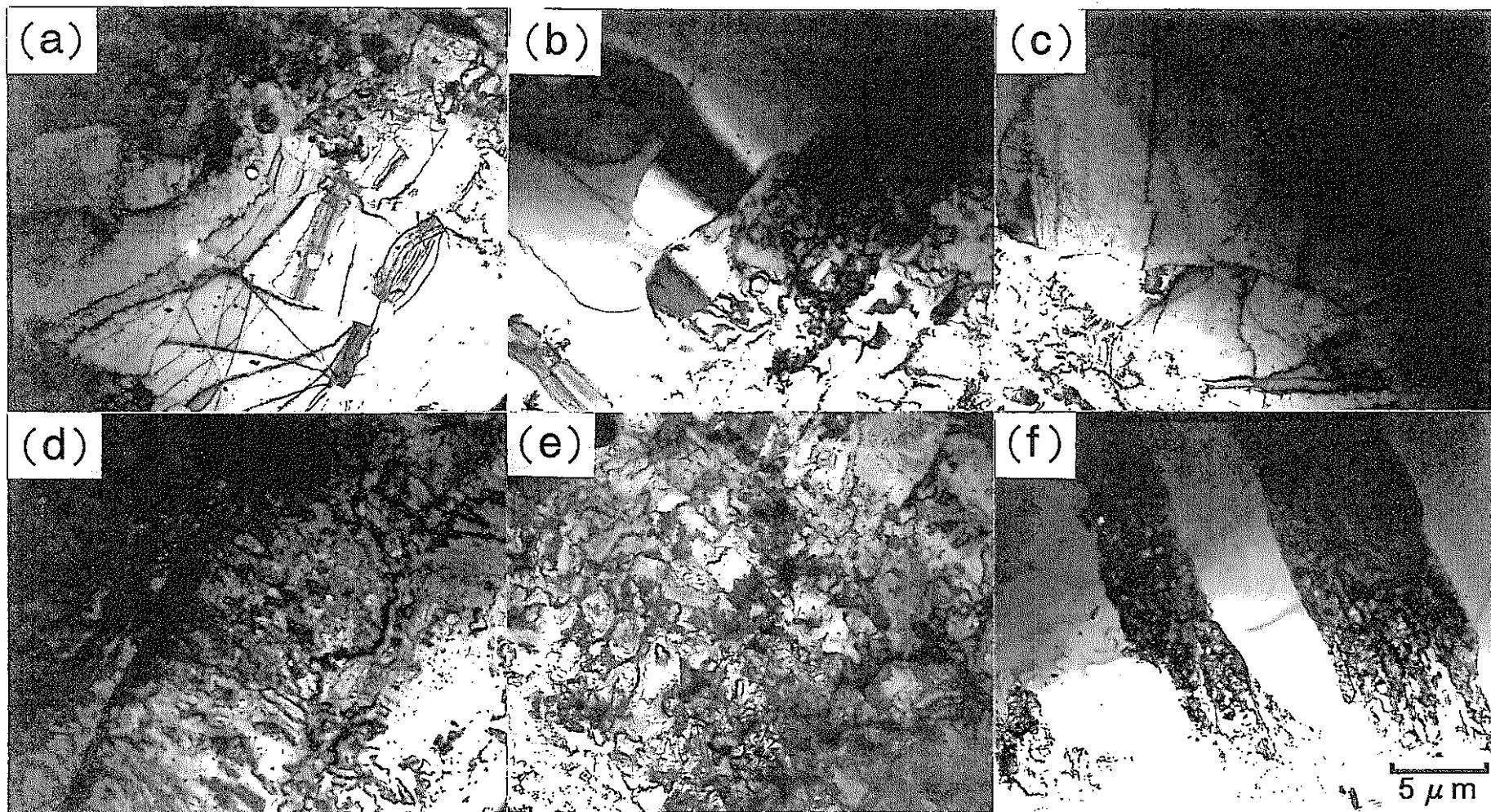


図1.照射前の低倍の組織

(a) Ar1000 (b) Ar1100 (c) Ar1200 (d) 20%CW (e) 40%CW (f) He1100

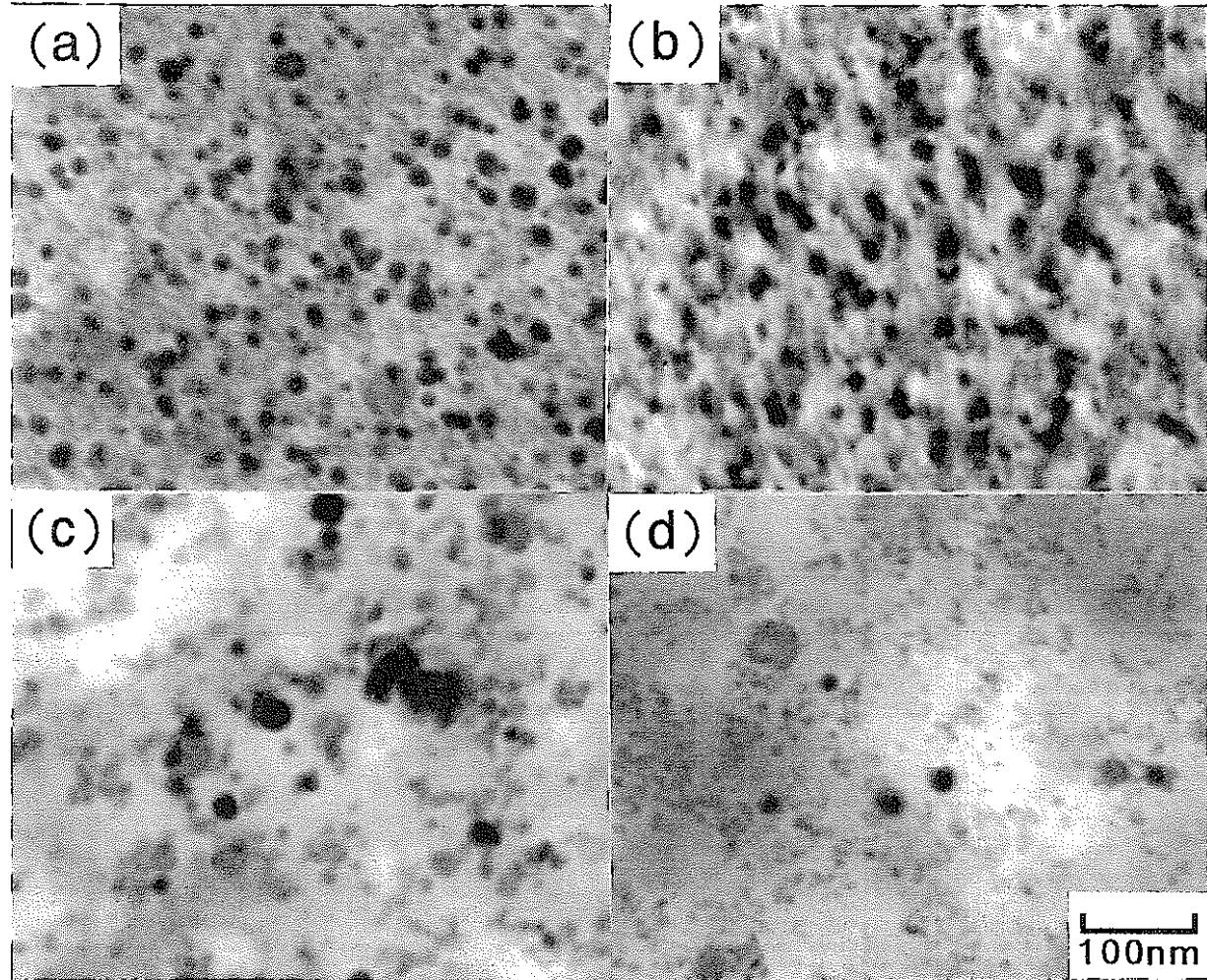


図2.照射前の酸化物粒子の分散状態  
(a) Ar1000 (b) Ar1100 (c) Ar1200 (d) He1100

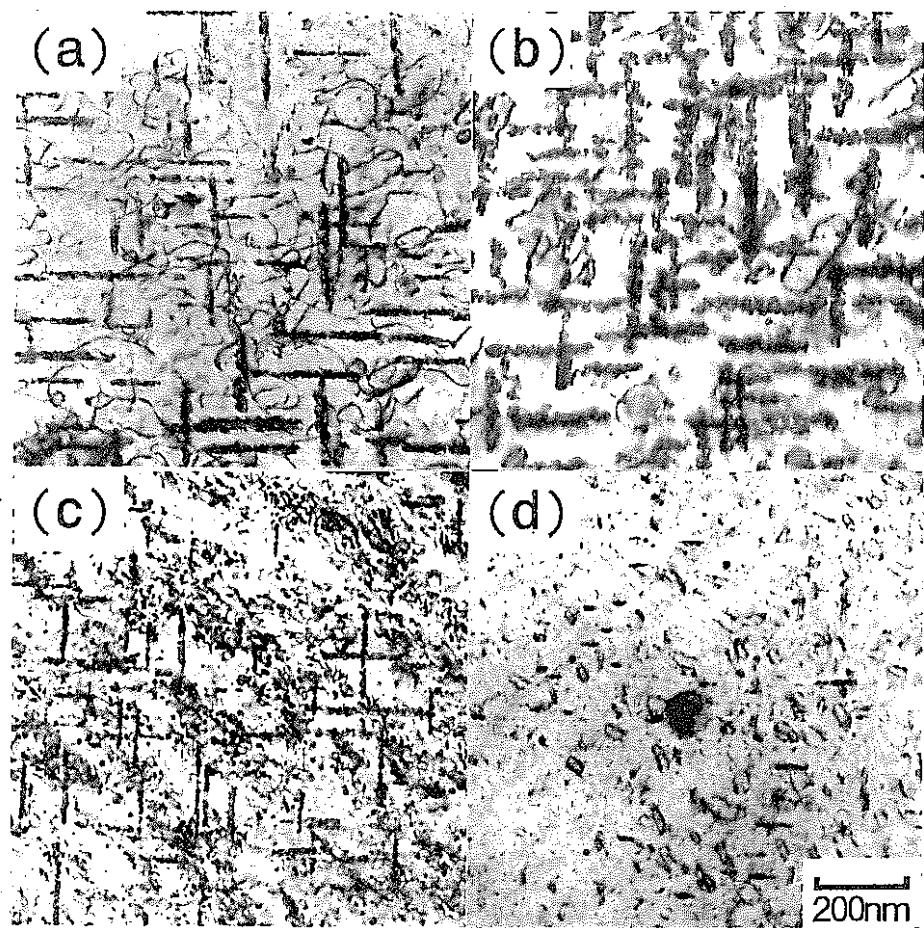


図3.照射後の転位ループ (698K,0.4dpa)  
(a) Ar1000 (b) Ar1100 (c) Ar1200 (d) He1100

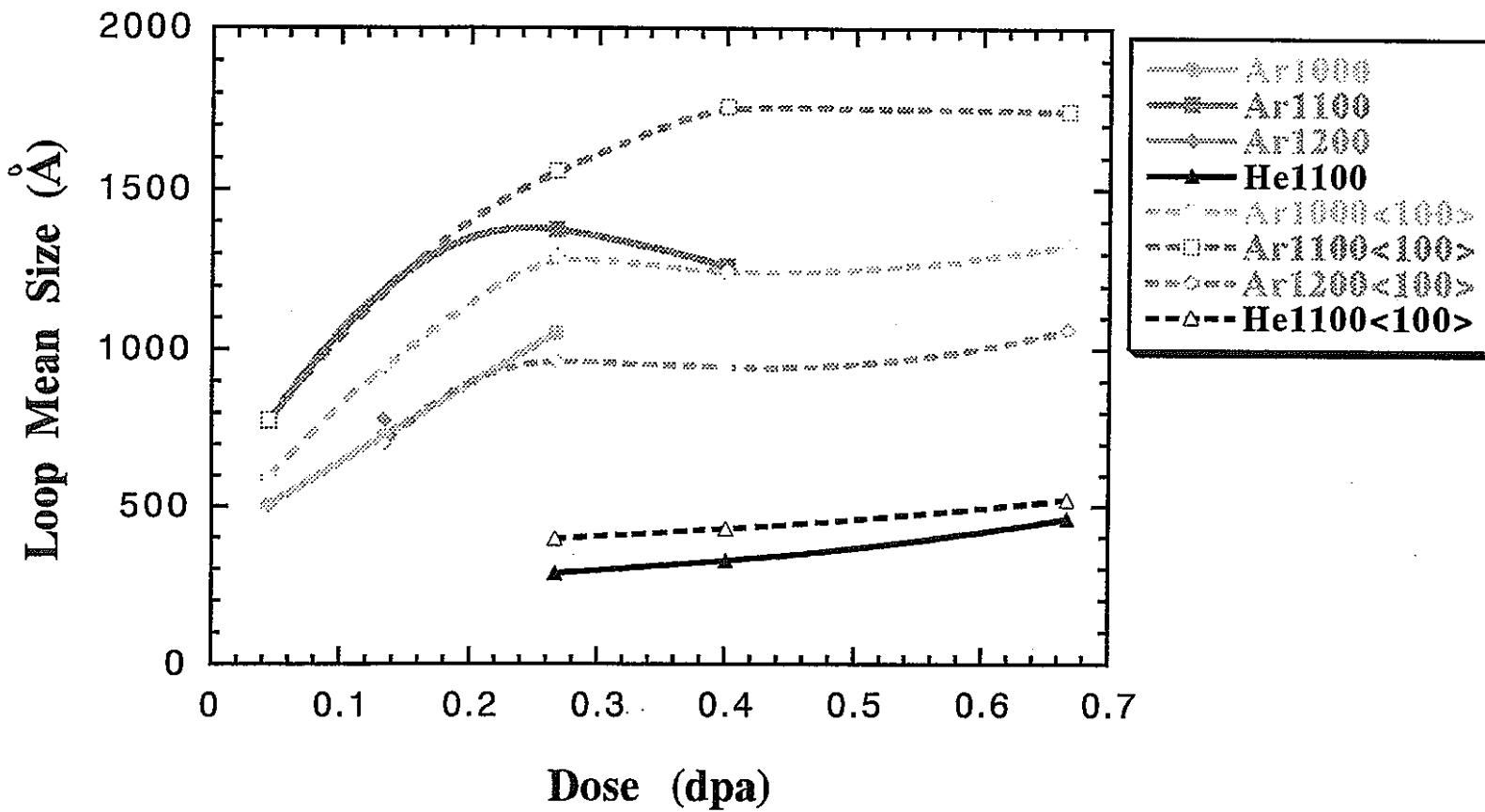


図4 転位ループサイズの照射量依存性 (673K)

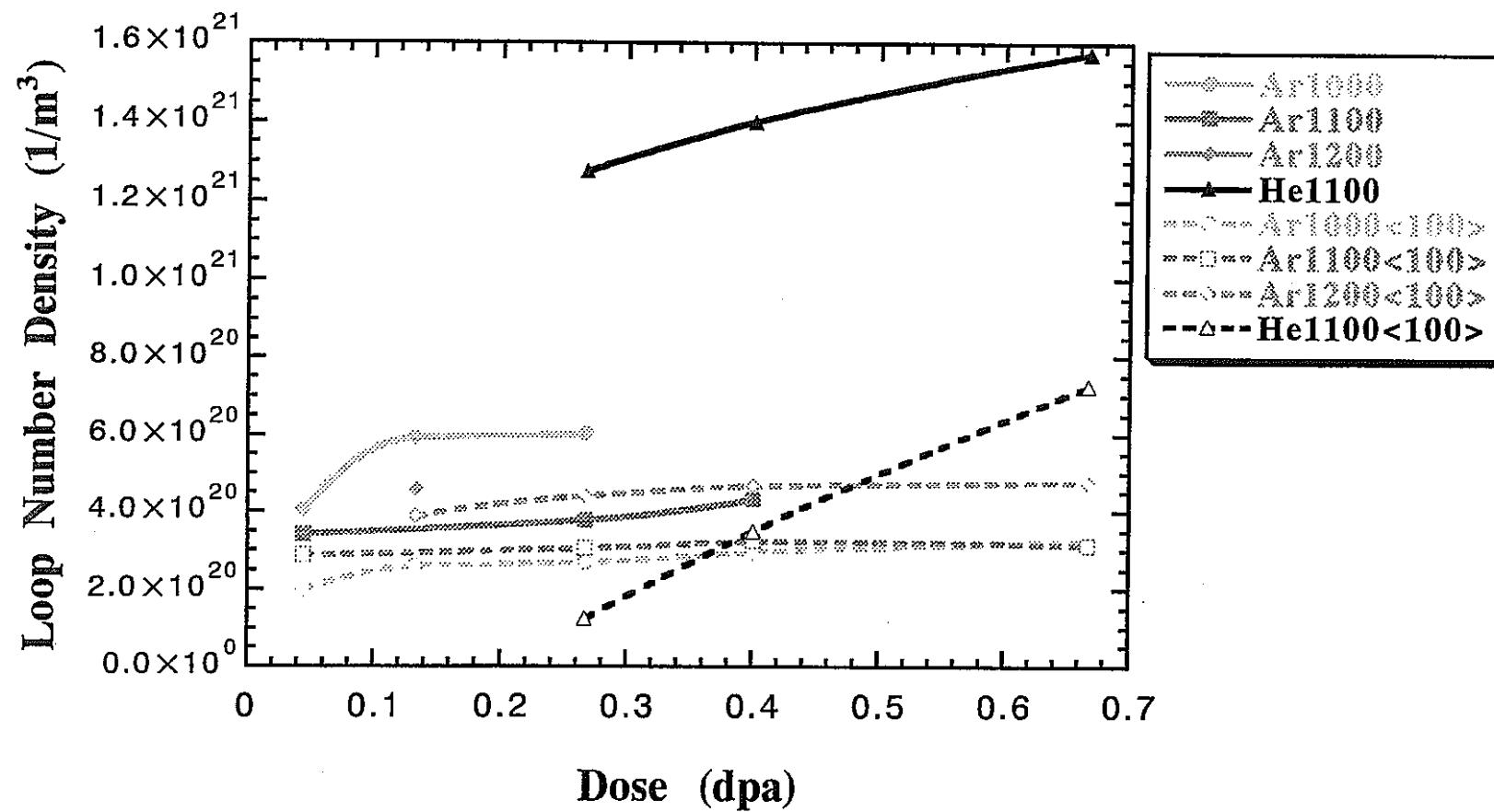


図5 転位ループの数密度の照射量依存性 (673 K)

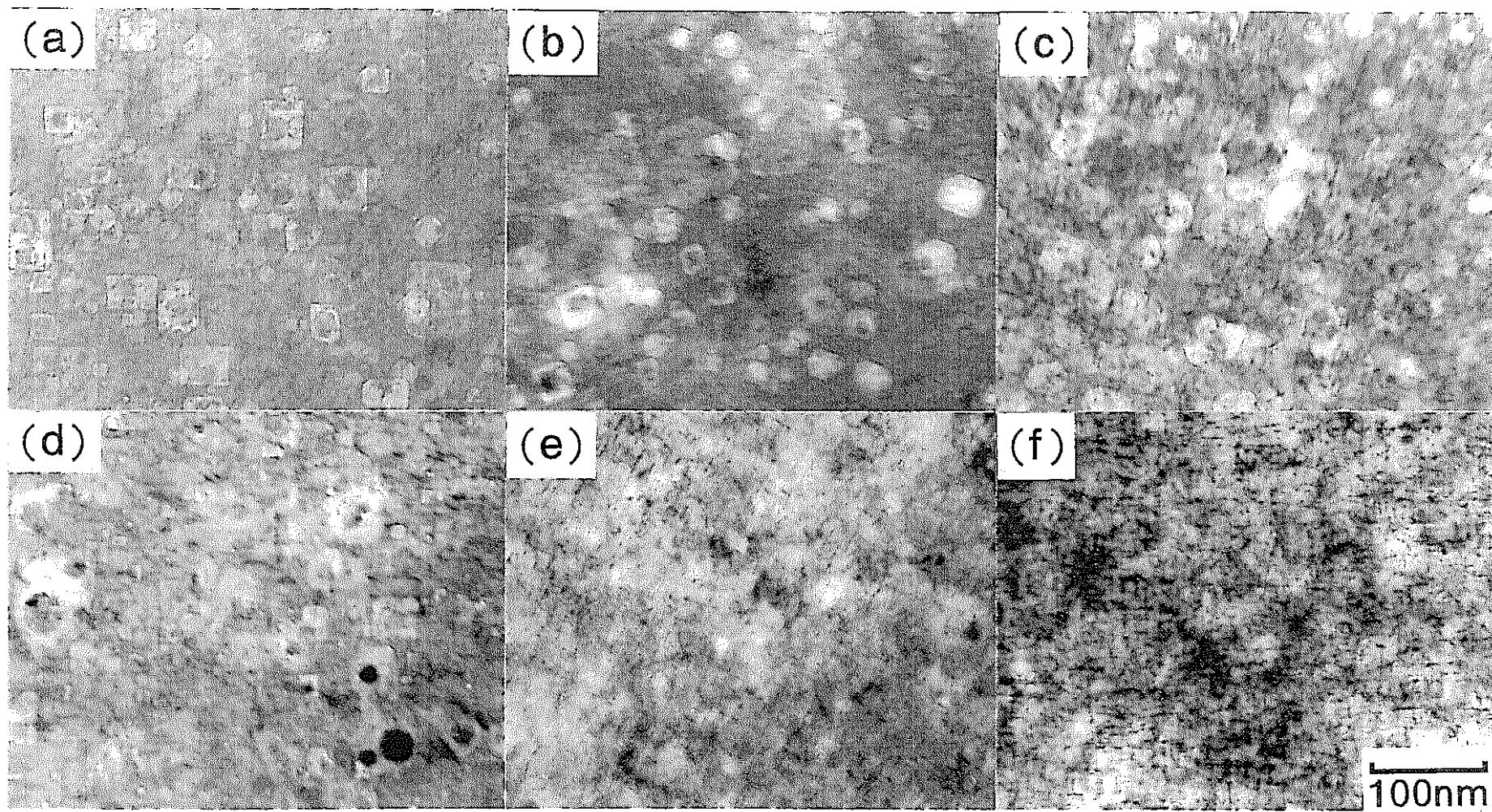


図6.ボイド組織 (698K,10dpa)

(a) Ar1000 (b) Ar1100 (c) Ar1200 (d) 20%CW (e) 40%CW (f) He1100

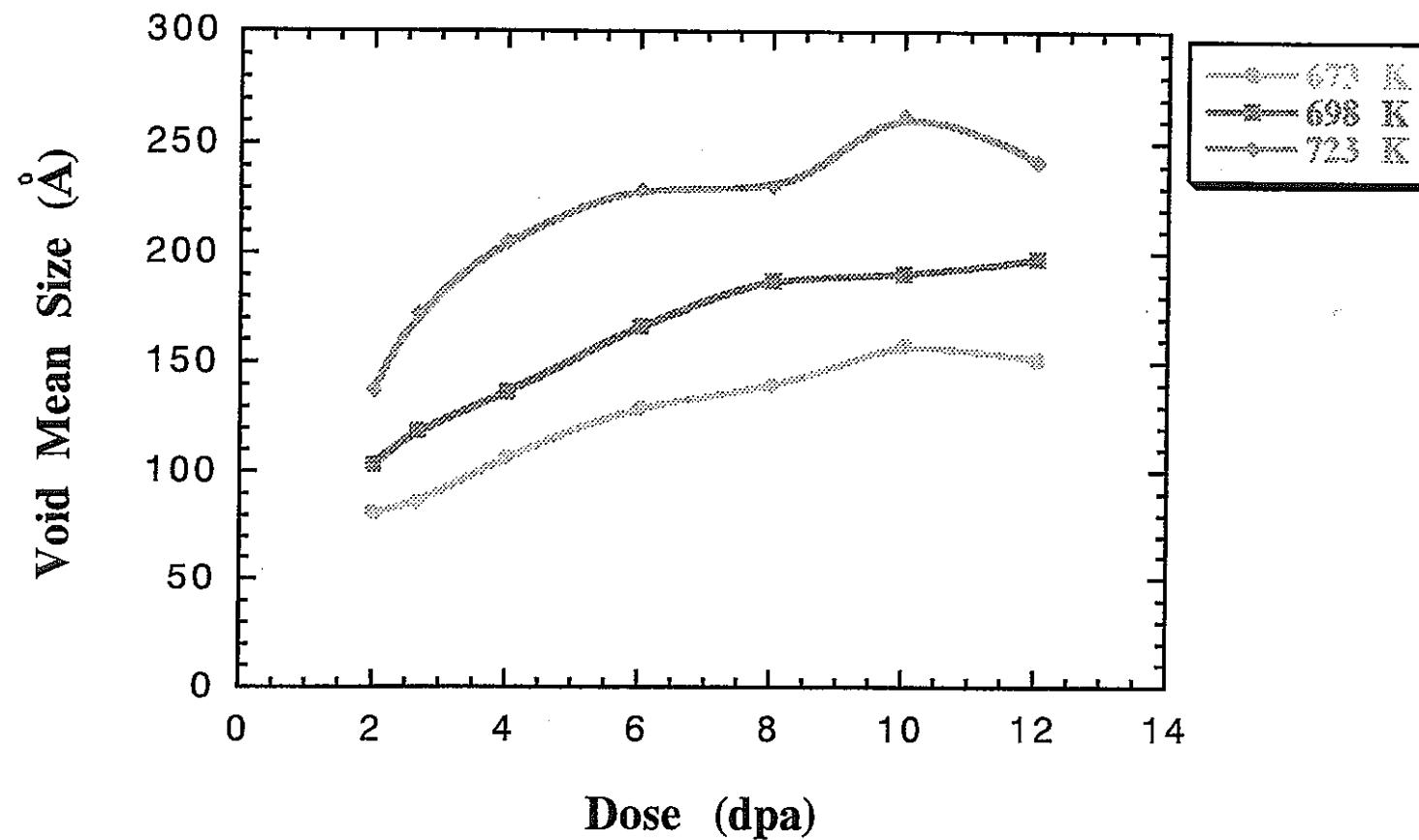


図7 Ar1100におけるボイドサイズの照射量依存性

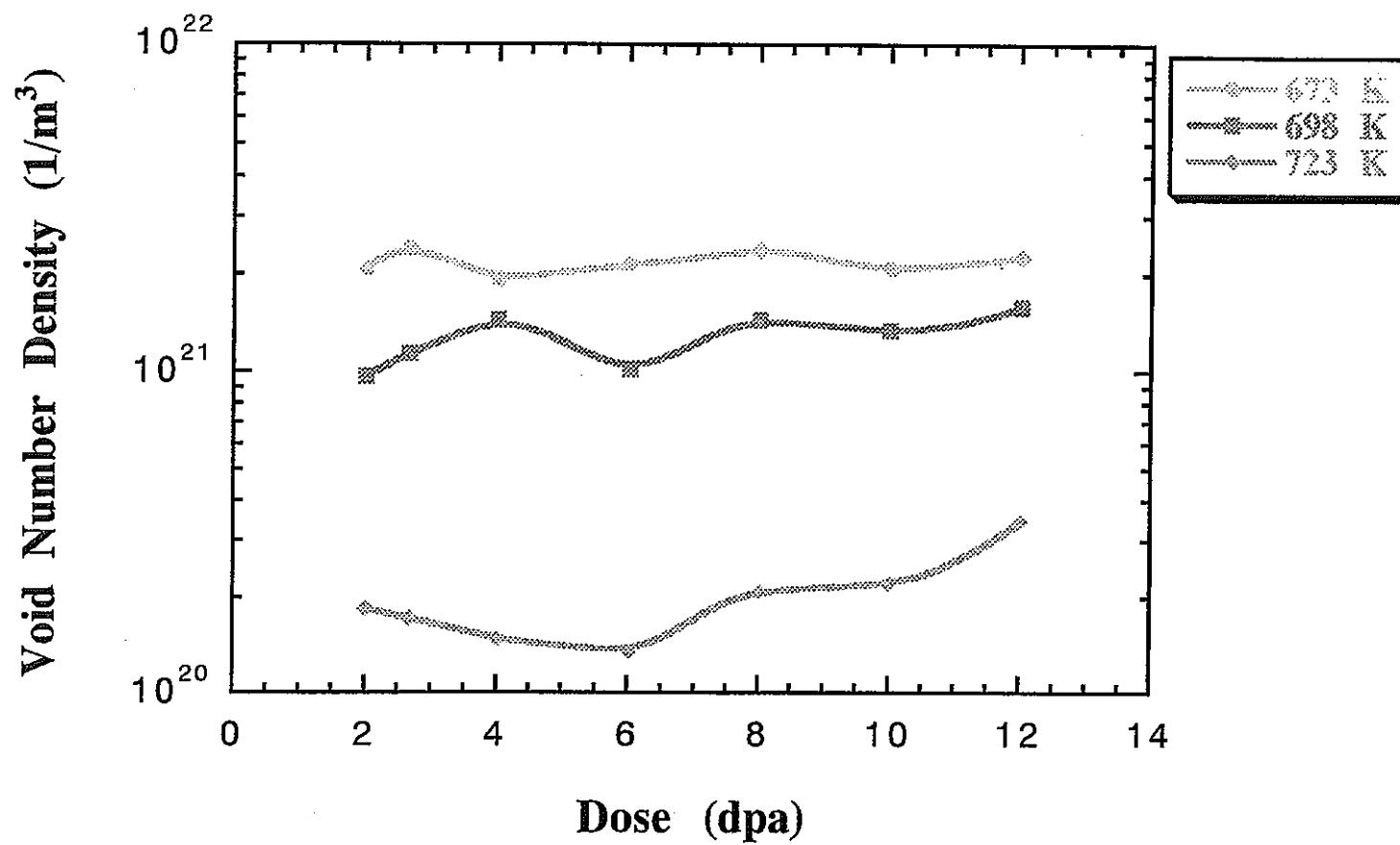


図8 Ar1100のボイド数密度の照射量依存性

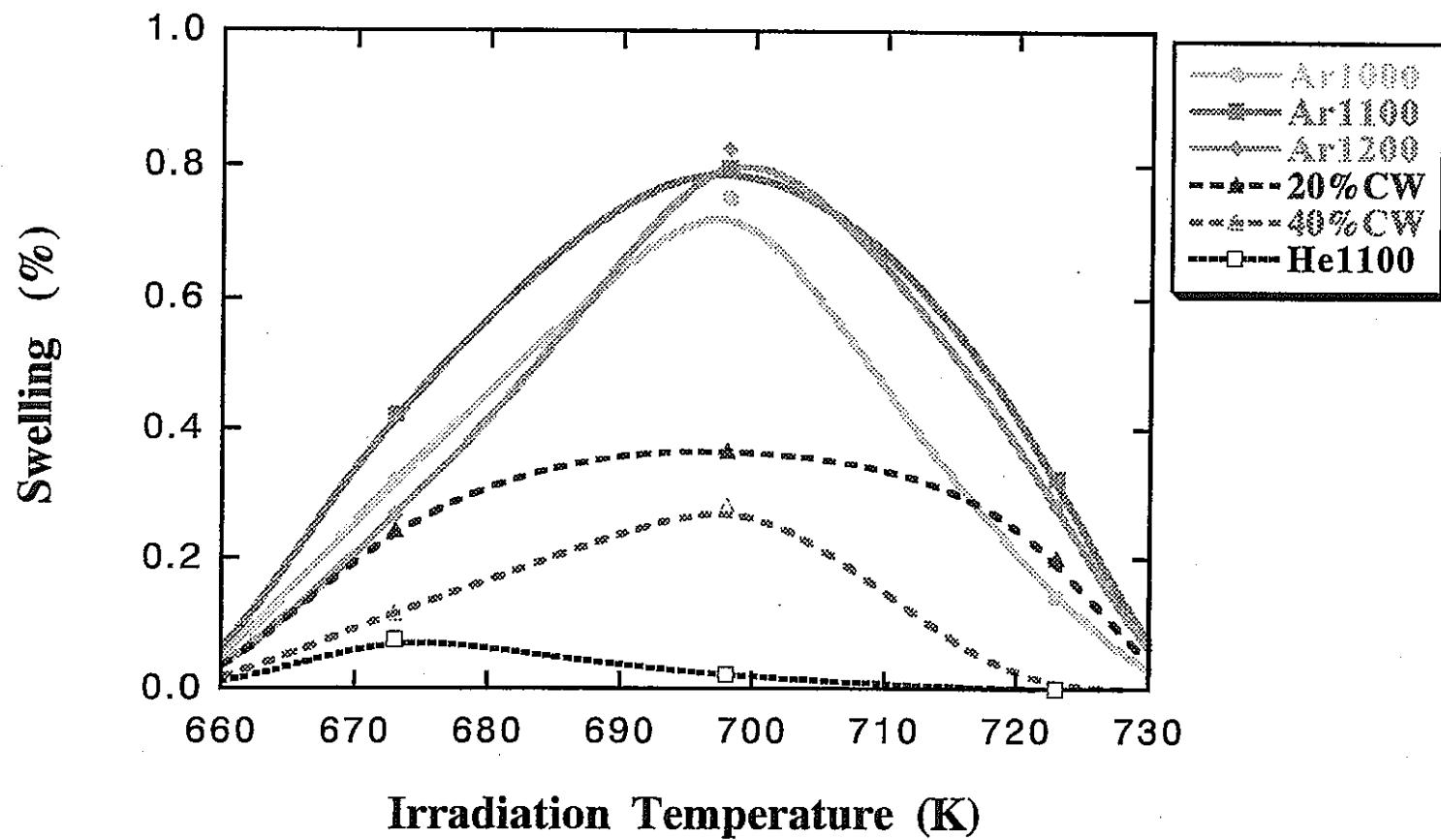


図9 Ar1000、Ar1100、Ar1200、20%CW、40%CW、  
He1100のスエリングの温度依存性 (12dpa)

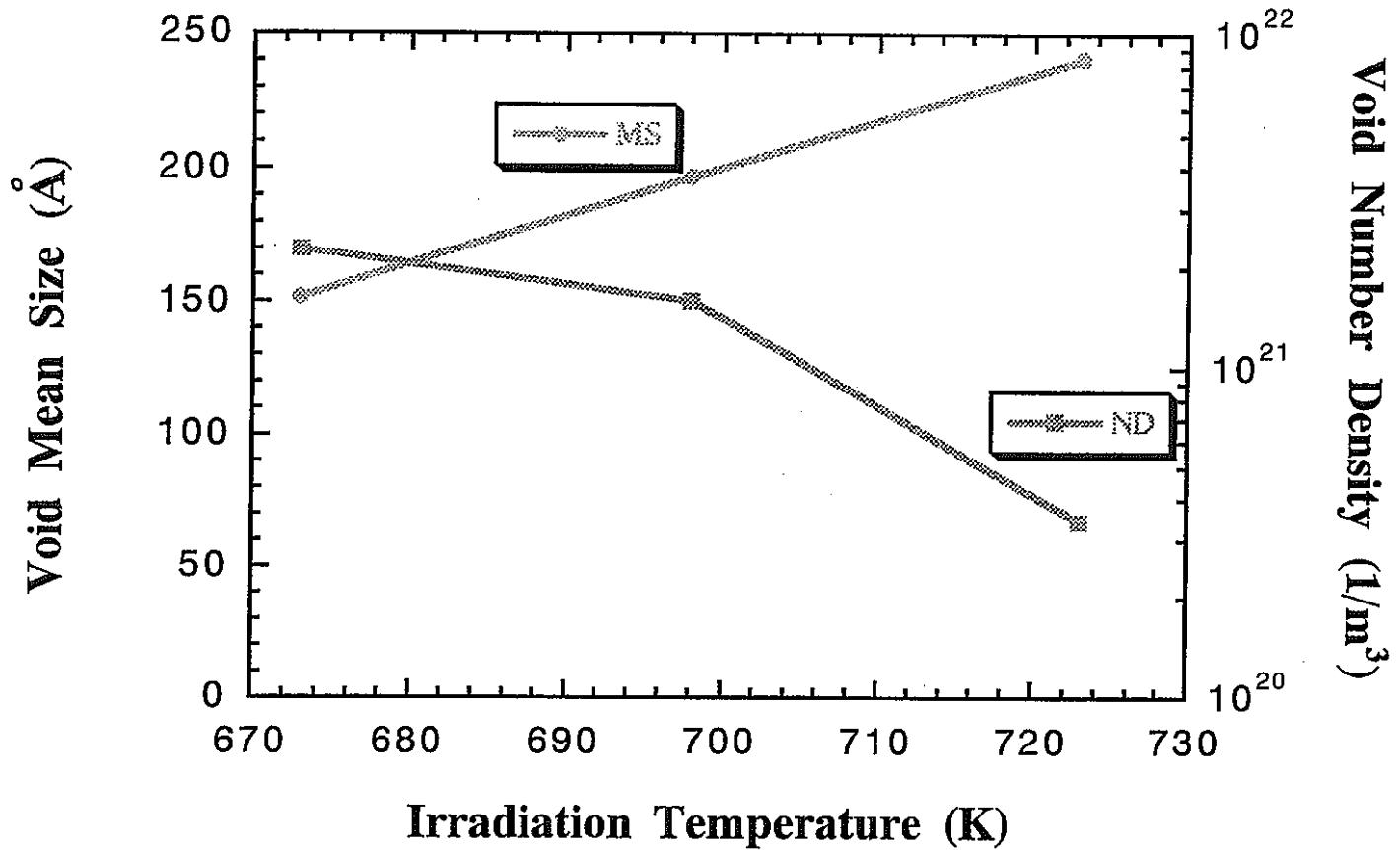


図10 Ar1100におけるボイドの平均サイズ及び数密度の  
温度依存性 (12dpa)

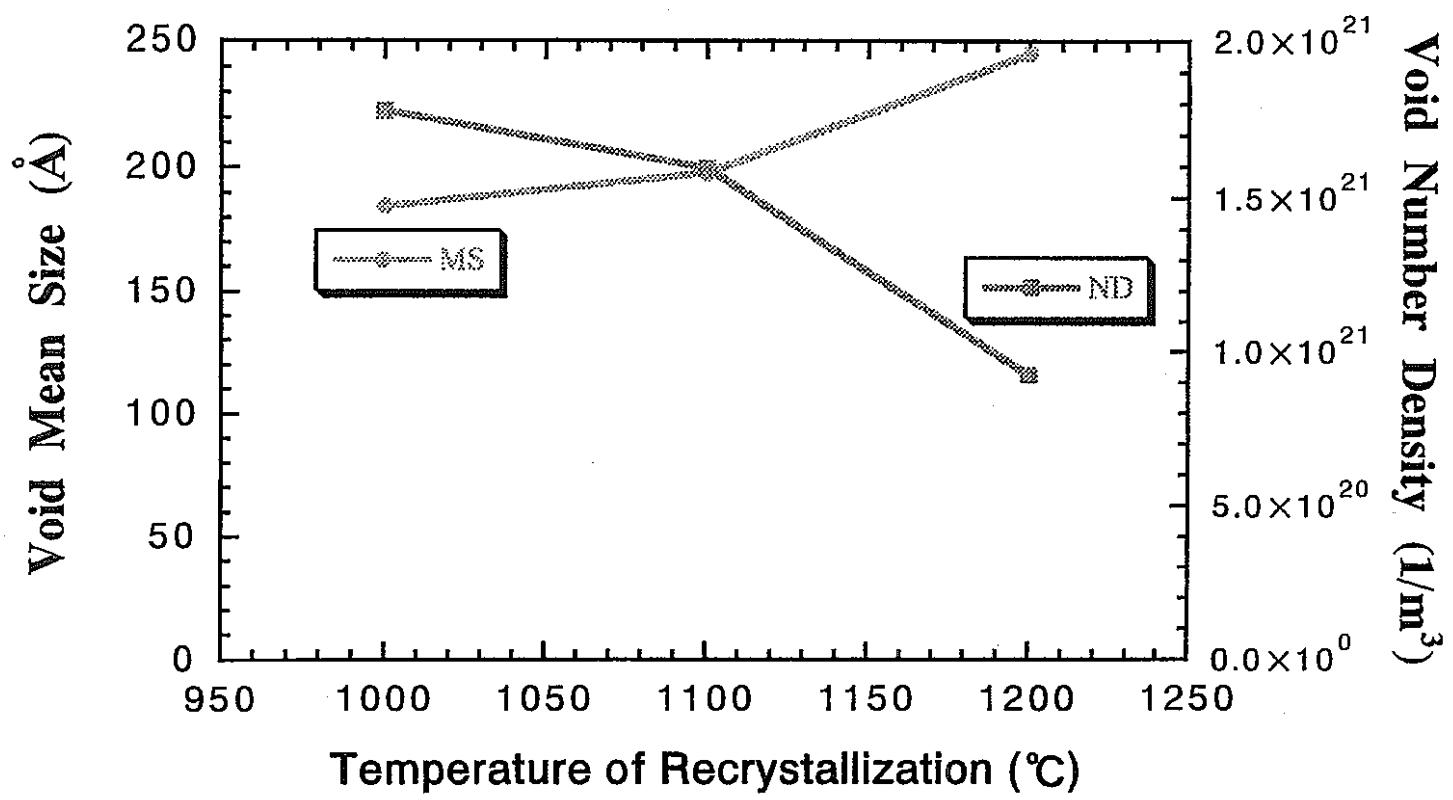


図11 Ar1100におけるボイドの平均サイズ及び数密度の  
再結晶化温度依存性 (12dpa)